

540638

Rec'd PTO/PTO 23 JUN 2005

特許協力条約に基づいて公開された国際出願

10/540638

(19) 世界知的所有権機関
国際事務局(43) 国際公開日
2004年7月29日 (29.07.2004)

PCT

(10) 国際公開番号
WO 2004/063420 A1

(51) 国際特許分類: C23C 14/34, C22C 19/03

(21) 国際出願番号: PCT/JP2003/012777

(22) 国際出願日: 2003年10月6日 (06.10.2003)

(25) 国際出願の言語: 日本語

(26) 国際公開の言語: 日本語

(30) 優先権データ:
特願2003-004685 2003年1月10日 (10.01.2003) JP

(71) 出願人(米国を除く全ての指定国について): 株式会社
日鉱マテリアルズ (NIKKO MATERIALS CO., LTD.)
[JP/JP]; 〒105-8407 東京都 港区 虎ノ門二丁目10番
1号 Tokyo (JP).

(72) 発明者: および

(75) 発明者/出願人(米国についてのみ): 山越 康廣 (YAMAKOSHI,Yasuhiro) [JP/JP]; 〒319-1535 茨城県 北茨
城市 華川町臼場187番地4 株式会社日鉱マテリ
アルズ 磐原工場内 Ibaraki (JP).

(74) 代理人: 小越 勇 (OGOSHI,Isamu); 〒105-0002 東京都
港区 愛宕一丁目2番2号 虎ノ門9森ビル3階 小越
国際特許事務所 Tokyo (JP).

(81) 指定国(国内): CN, KR, US.

添付公開書類:
— 国際調査報告書
— 補正書・説明書

2文字コード及び他の略語については、定期発行される
各PCTガゼットの巻頭に掲載されている「コードと略語
のガイドスノート」を参照。



(54) Title: NICKEL ALLOY SPUTTERING TARGET

(54) 発明の名称: ニッケル合金スパッタリングターゲット

WO 2004/063420 A1

(57) Abstract: A nickel alloy sputtering target comprising nickel wherein 0.5 to 10 at% of tantalum is contained, and a nickel alloy sputtering target characterized in that the content of unavoidable impurities excluding gas components therein is 100 wtppm or less. The nickel alloy sputtering target would enable forming a thermally stable silicide (NiSi) film and would suppress any film cohesion and excess silicide formation. In the formation of sputtering film, the nickel alloy sputtering target would reduce particle generation and ensure satisfactory uniformity. Further, the nickel alloy sputtering target excels in plastic moldability into target and is especially useful in the manufacturing of gate electrode material (thin film). Further, there is provided a process for producing the same.

(57) 要約: ニッケルにタンタルを0.5~10at%含有するニッケル合金スパッタリングターゲット及びガス成分を除く不可避不純物が100wtppm以下であることを特徴とするニッケル合金スパッタリングターゲット。熱的に安定なシリサイド(NiSi)膜の形成が可能であり、膜の凝集や過剰なシリサイド化が起り難く、またスパッタ膜の形成に際しパーティクルの発生が少なく、ユニフォーミティも良好であり、さらにターゲットへの塑性加工性に富む、特にゲート電極材料(薄膜)の製造に有用なニッケル合金スパッタリングターゲット及びその製造技術を提供する。

明 細 書

5 ニッケル合金スパッタリングターゲット

技術分野

この発明は、熱的に安定なシリサイド（NiSi）膜の形成が可能であり、またターゲットへの塑性加工性が良好である、特にゲート電極材料
10 （薄膜）の製造に有用なニッケル合金スパッタリングターゲット及びその製造方法に関する。

背景技術

近年、ゲート電極材料としてサリサイドプロセスによるNiSi膜の利用が注目されている。ニッケルはコバルトに比べてサリサイドプロセスによるシリコンの消費量が少なくシリサイド膜を形成することができるという特徴がある。また、NiSiはコバルトシリサイド膜と同様に、配線の微細化による細線抵抗の上昇が起り難いという特徴がある。

このようなことから、ゲート電極材料として高価なコバルトに替えてニッケルを使用することが考えられる。

しかし、NiSiの場合は、より安定相であるNiSi₂へ相転移しやすく、界面ラフネスの悪化と高抵抗化する問題がある。また、膜の凝集や過剰なシリサイド化が起り易いという問題もある。

従来、ニッケルシリサイド等の膜を用いるものとして、NiあるいはC
25 O膜の上にTiNなどの金属化合物膜をキャップしてアニールすることによって、シリサイド膜形成時に酸素と反応して絶縁膜を形成してしまうことを防止する技術がある。この場合、酸素とNiが反応して凹凸のある絶縁膜が形成されるのを防ぐために、TiNが使用されている。

凹凸が小さいとNiSi膜とソース／ドレイン拡散層の接合までの距離が長くなるので、接合リーケを抑制できるとされている。他にキャップ膜としてはTiC、TiW、TiB、WB₂、WC、BN、AlN、Mg₃N₂、CaN、Ge₃N₄、TaN、NbNi₂、VB₂、VC、ZrN、ZrBなどが示されている（特開平7-38104号公報参照）。

また従来技術では、NiSiはシリサイド材料中でも非常に酸化され易くNiSi膜とSi基板との界面領域には凹凸が大きく形成され、接合リーケが生じるという問題があることが指摘されている。

この場合、Ni膜上にキャップ膜としてTiN膜をスパッタし、かつこれを熱処理することによりNiSi膜の表面を窒化させる提案がなされている。これによってNiSiが酸化されるのを防ぎ、凹凸の形成を抑制することを目的としている。

しかし、TiNをNi上に堆積して形成したNiSi上の窒化膜は薄いため、バリア性を長時間保つことは難しいという問題がある。

そこで窒素ガスを添加した混合ガス（2.5～10%）雰囲気中でシリサイド膜を形成することにより、シリサイド膜のラフネスを40nm以下、粒径200nm以上とする提案がある。さらにNi上にTi、W、TiNx、WNxのうち一つをキャップすることが望ましいとする。

この場合、窒素ガスを含まないアルゴンガスのみでNiをスパッタし、続いてTiNのキャップ膜をスパッタした後、NイオンをNi膜中にイオン注入することでによってNi膜中にNを添加してもよいということが示されている（特開平9-153616号公報参照）。

また、従来技術として半導体装置とその製造方法が開示され、第一金属：Co、Ni、Pt又はPdと、第二金属：Ti、Zr、Hf、V、Nb、Ta又はCrの組合せが記述されている。実施例では、Co-Tiの組合せがある。

コバルトは、チタンに比べてシリコン酸化膜を還元させる能力が低く、
コバルトを堆積する際にシリコン基板やポリシリコン膜表面に存在する自
然酸化膜が存在する場合はシリサイド反応が阻害される。さらに耐熱性が
5 チタニウムシリサイド膜より劣り、シリサイドプロセス終了後の層間膜用
のシリコン酸化膜の堆積時の熱で、コバルトダイシリサイド (CoSi_2) 膜が凝集して抵抗が上昇してしまう問題があるということが示されて
いる（特開平11-204791号公報（U.S.P. 5,989,988）参照）。

10 また、従来技術として、「半導体装置の製造方法」の開示があり、シリ
サイド形成の際のオーバーグロースによる短絡を防止するために、コバル
トあるいはニッケルにチタン、ジルコニウム、タンタル、モリブデン、ニ
オブ、ハフニウム及びタンクステンより選択された金属との非晶質合金層
15 を形成する技術が示されている。この場合、コバルトの含有量 50 ~ 75
at %、Ni 40 Zr 60 の実施例があるが、非晶質膜とするために合金
の含有量が多い（特開平5-94966号公報参照）。

15 上記のように、開示されている従来技術については、いずれも成膜プロ
セスに関するものでありスパッタリングターゲットに関するものではない。
また、従来の高純度ニッケルとしては、ガス成分を除いて~4N程度であ
り酸素は 100 ppm 程度と高いものであった。

20 このような従来のニッケルを基としたニッケル合金ターゲットを作製し
たところ、塑性加工性が悪く品質の良いターゲットを作製することが出来
なかった。またスパッタの際にパーティクルが多く、ユニフォーミティも
良くないという問題があった。

発明の開示

本発明は、熱的に安定なシリサイド（NiSi）膜の形成が可能であり、
5 膜の凝集や過剰なシリサイド化が起り難く、またスパッタ膜の形成に際してパーティクルの発生が少なく、ユニフォーミティも良好であり、さらにターゲットへの塑性加工性に富む、特にゲート電極材料（薄膜）の製造に有用なニッケル合金スパッタリングターゲット及びその製造技術を提供することを目的としたものである。

10 上記問題点を解決するため、高純度ニッケルに特殊な金属元素を添加することにより、熱的に安定したシリサイド（NiSi）成膜が可能であり、スパッタリングの際にパーティクルの発生が少なく、ユニフォーミティも良好であり、さらに塑性加工性に富むターゲットを製造できるとの知見を得た。

15 この知見に基づき、本発明は

1. ニッケルにタンタルを0.5～10 at %含有することを特徴とするニッケル合金スパッタリングターゲット
2. ニッケルにタンタルを1～5 at %含有することを特徴とするニッケル合金スパッタリングターゲット
- 20 3. ガス成分を除く不可避不純物が100 wt ppm以下であることを特徴とする上記1～2に記載のニッケル合金スパッタリングターゲット
4. ガス成分を除く不可避不純物が10 wt ppm以下であることを特徴とする上記1～2に記載のニッケル合金スパッタリングターゲット
5. 酸素が50 wt ppm以下、窒素、水素及び炭素がそれぞれ10 wt
25 ppm以下であることを特徴とする上記1～4のそれぞれに記載のニッケル合金スパッタリングターゲット
6. 酸素が10 wt ppm以下であることを特徴とする上記1～5のそれぞれに記載のニッケル合金スパッタリングターゲット

7. ターゲット面内方向の初透磁率が 50 以上であることを特徴とする上記 1～6 のそれぞれに記載のニッケル合金スパッタリングターゲット
- 5 8. ターゲット面内方向の初磁化曲線上の最大透磁率が 100 以上であることを特徴とする上記 1～7 のそれぞれに記載のニッケル合金スパッタリングターゲット。
9. ターゲットの平均結晶粒径が 80 μm 以下であることを特徴とする上記 1～8 に記載のニッケル合金スパッタリングターゲット
- 10 10. 再結晶温度～950 °C で最終熱処理を行うことを特徴とする上記 1～9 のそれぞれに記載のニッケル合金スパッタリングターゲットの製造方法
を提供するものである。

15 発明の実施の形態

本発明のターゲットは、粗 Ni ($\sim 4 \text{ N}$ 程度) を電解精製にて、金属不純物成分を除去したのち、EB 溶解にてさらに精製して高純度ニッケルインゴットとし、このインゴットと高純度タンタルを真空溶解して高純度ニッケル合金インゴットを作製する。

20 真空溶解に際しては、水冷銅製坩堝を用いたコールドクルーシブル溶解法が適している。この合金インゴットを鍛造、圧延などの工程で板状にして、最終的に再結晶温度 (約 500 °C) ～950 °C で熱処理することによりターゲットを作製する。この代表的な高純度ニッケルターゲットの分析値を表 1 に示す。

表 1

| 元素 | (wtppm) | 元素 | (wtppm) |
|----|---------|----|---------|
| Li | <0.001 | Ag | <0.01 |
| Be | <0.001 | Cd | <0.01 |
| B | 0.02 | In | <0.05 |
| F | <0.01 | Sn | 0.2 |
| Na | <0.01 | Sb | <0.01 |
| Mg | 0.57 | Te | <0.01 |
| Al | 0.14 | I | <0.01 |
| Si | 2.7 | Cs | <0.01 |
| P | <0.01 | Ba | <0.005 |
| S | 0.02 | La | <0.005 |
| Cl | <0.01 | Ce | <0.005 |
| K | <0.01 | Pr | <0.005 |
| Ca | <0.01 | Nd | <0.005 |
| Sc | <0.001 | Sm | <0.005 |
| Ti | 0.24 | Eu | <0.005 |
| V | 0.01 | Gd | <0.005 |
| Cr | 0.02 | Tb | <0.005 |
| Mn | 0.12 | Dy | <0.005 |
| Fe | 1 | Ho | <0.005 |
| Co | 0.66 | Er | <0.005 |
| Ni | Matrix | Tm | <0.005 |
| Cu | 0.13 | Yb | <0.005 |
| Zn | <0.01 | Lu | <0.005 |
| Ga | <0.01 | Hf | <0.01 |
| Ge | <0.05 | Ta | 10.01 |
| As | <0.01 | W | 0.02 |
| Se | <0.01 | Re | <0.01 |
| Br | <0.05 | Os | <0.01 |
| Rb | <0.005 | Ir | <0.01 |
| Sr | <0.005 | Pt | 0.07 |
| Y | <0.005 | Au | <0.01 |
| Zr | <0.01 | Hg | <0.01 |
| Nb | 0.2 | Tl | <0.01 |
| Mo | 0.03 | Pb | 0.04 |
| Ru | <0.01 | Bi | <0.005 |
| Rh | <0.01 | Th | <0.0001 |
| Pd | <0.01 | U | <0.0001 |
| | | H | <10 |
| | | C | <10 |
| | | N | <10 |
| | | O | <10 |

注 : H, C, N, OとTaを除いてGDMS分析による

注 : Taはwt%である

注 : <は測定限界以下を意味する

タンタルの添加量は 0.5 ~ 10 at %、より好ましくは 1 ~ 5 at % とする。添加量が少なすぎると、ニッケル合金層の熱安定が向上しない。

5 添加量が多すぎると、膜抵抗が大きくなりすぎて適当でないばかりか、金属間化合物の量が多くなり塑性加工が困難となって、スパッタ時のパーティクルも多くなるという問題がある。

本発明のタンタル添加ニッケル合金を用いてスパッタリングし、さらにこのスパッタ成膜を窒素雰囲気中で加熱した後、XRD回折法により結晶構造の変化温度を測定したところ、タンタルの添加により 50 ~ 90 °C の相変化温度が向上し、明らかな熱安定性が確認できた。

スパッタリングの際のパーティクル発生を減少させ、ユニフォーミティを良好にするために、ガス成分を除く不可避不純物を 100 wt ppm 以下とすることが望ましい。より好ましくはガス成分を除く不可避不純物を 10 wt ppm 以下とする。

また、ガス成分もパーティクル発生を増加させる要因となるので、酸素 50 wt ppm 以下、より好ましくは 10 wt ppm 以下、窒素、水素及び炭素をそれぞれ 10 wt ppm 以下とするのが望ましい。

ターゲットの初透磁率が 50 以上（好ましくは 100 程度）、さらには最大透磁率 100 以上にすることがスパッタ特性に対して重要である。

再結晶温度以上（約 500 °C）～ 950 °C で最終熱処理を行い実質的な再結晶組織とする。熱処理温度が 500 °C 未満であると十分な再結晶組織が得られない。また、透磁率及び最大透磁率の向上も無い。

本発明のターゲットにおいては、多少の未再結晶の存在は特性に影響しないが、多量の存在は好ましくない。ターゲットの平均結晶粒径が 80 μm 以下であることが望ましい。

950 °C を超える最終熱処理は、平均結晶粒径を粗大化させるので好ましくない。平均結晶粒径が粗大化すると、結晶粒径のばらつきが大きくなり、ユニフォーミティの低下となる。

実施例及び比較例

次に、本発明の実施例について説明する。なお、本実施例はあくまで一例であり、この例に制限されるものではない。すなわち、本発明の技術思想の範囲内で、実施例以外の態様あるいは変形を全て包含するものである。

(実施例 1-1～実施例 3-2)

粗 Ni (~ 4 N程度) を電解精製にて、金属不純物成分を除去したのち、EB溶解にてさらに精製して高純度ニッケルインゴットとし、このインゴットと高純度タンタルを真空溶解して高純度ニッケル合金インゴットを作製した。真空溶解に際しては、水冷銅製坩堝を用いたコールドクルーシブル溶解法を用いた。

この合金インゴットを鍛造、圧延などの工程で板状にして、最終的に 500～950°C で熱処理することによりターゲットを作製した。

ターゲットの製造条件である Ta 量、純度、酸素含有量、熱処理温度の条件並びにターゲット及び成膜特性である初透磁率、最大透磁率、平均結晶粒径、結晶粒径のばらつき、パーティクル量、ユニフォーミティを表 2 に示す。

表 2 に示すように、実施例 1 シリーズは Ta 量が 1.68 at %、実施例 2 シリーズは Ta 量が 3.48 at %、実施例 3 シリーズは Ta 量が 7.50 at % である。

2

| Ta量 (a t %) | 純度 (w t p.p.m.) | 酸素 (C) × 1 h r | 熱処理条件 | 初透磁率 最大透磁率 III) | 平均粒径 (μ) | ぼらつき (%) | パーテイクル (0.3 μm以上 / i n ²) | ユニファーミ ティ (%) |
|----------------|--------------------|-------------------|-------|-----------------------|-------------|-------------|---|------------------|
| 実施例 1-1 | 1.68 | 5 N | 35 | 500 | 62 | 103 | 未再結晶あり | - |
| 実施例 1-2 | 1.68 | 5 N | 25 | 600 | 103 | 142 | 未再結晶あり | - |
| 実施例 1-3 | 1.68 | 5 N | <10 | 650 | 121 | 165 | 17.3 | 9.6 |
| 比較例 1-1 | 1.68 | 3 N 5 | 80 | 650 | 118 | 161 | 7.1 | 8.2 |
| 比較例 1-2 | 1.68 | 4 N | 75 | 650 | 115 | 167 | 8.5 | 7.6 |
| 比較例 1-3 | 1.68 | 5 N | <10 | 300 | 18 | 47 | 再結晶しない | - |
| 比較例 1-4 | 1.68 | 5 N | <10 | 450 | 23 | 63 | 未再結晶あり | - |
| 比較例 1-5 | 1.68 | 5 N | <10 | 1000 | 141 | 189 | 244 | 57 |
| 実施例 2-1 | 3.48 | 5 N | <10 | 750 | 67 | 118 | 未再結晶あり | - |
| 実施例 2-2 | 3.48 | 5 N | <10 | 800 | 102 | 156 | 12.7 | 18 |
| 実施例 2-3 | 3.48 | 5 N | <10 | 850 | 112 | 163 | 53.2 | 18 |
| 実施例 2-4 | 3.48 | 5 N | <10 | 930 | 121 | 165 | 73.4 | 15 |
| 比較例 2-1 | 3.48 | 3 N 5 | <10 | 300 | 11 | 29 | 再結晶しない | - |
| 比較例 2-2 | 3.48 | 4 N | <10 | 650 | 16 | 59 | 未再結晶あり | - |
| 比較例 2-3 | 3.48 | 5 N | <10 | 1050 | 126 | 166 | 153 | 43 |
| 比較例 2-4 | 3.48 | 5 N | <10 | 1150 | 124 | 172 | 146 | 51 |
| 実施例 3-1 | 7.50 | 5 N | <10 | 900 | 67 | 123 | 46 | 11 |
| 実施例 3-2 | 7.50 | 5 N | <10 | 950 | 75 | 131 | 68 | 19 |
| 比較例 3-1 | 7.50 | 5 N | <10 | 600 | 13 | 41 | 未再結晶あり | - |
| 比較例 3-2 | 7.50 | 5 N | <10 | 1250 | 81 | 135 | 213 | 33 |

Ta量、純度、酸素含有量、熱処理温度の条件が本発明の範囲にある実施例1-1～1-3、実施例2-1～2-4、実施例3-1～3-2は、
5 初透磁率50以上、最大透磁率100以上、平均結晶粒径80μm以下、
結晶粒径のばらつきが小さく、パーティクル量(0.3μm以上/in²)も少なく、ユニフォーミティ(%, 3σ)も小さな値となっている。

そして、本実施例のタンタル添加ニッケル合金を用いてスパッタリングし、さらにこのスパッタ成膜を窒素雰囲気中で加熱した後、XRD回折法
10 により結晶構造の変化温度を測定したところ、タンタルの添加により50～90°Cの相変化温度が向上した。これによって、明らかな熱安定性が確認できた。

なお、実施例1-1、実施例1-2、実施例2-1については、熱処理温度がやや低いために、未再結晶組織があったが、存在量が少ないので、
15 特性に影響を与えることはなかった。

(比較例1-1～3-2)

上記実施例と製造工程は同様とし、Ta添加量は同一であるが、表2に示すように純度、酸素含有量、熱処理温度の条件を変えてターゲットを製造した。これによるターゲット及び成膜特性である初透磁率、最大透磁率、平均結晶粒径、結晶粒径のばらつき、パーティクル量、ユニフォーミティを測定及び観察した。
20

なお、実施例と同様に、比較例1シリーズはTa量が1.68at%、比較例2シリーズはTa量が3.48at%、比較例3シリーズはTa量が7.50at%である。

25 この結果、比較例1-1及び1-2は酸素量が多く、純度が低いために、パーティクルの発生が多いという問題があった。比較例1-3及び1-4については熱処理温度が低く過ぎるため、初透磁率及び最大透磁率の向上がなく、また再結晶しないか又は未再結晶組織が多量に存在した。

比較例 1 - 5 は最終熱処理温度が高すぎ、平均結晶粒径が粗大化し、ばらつきが大きくなり、ユニフォーミティが悪化した。

5 比較例 2 - 1 及び比較例 2 - 2 は純度が低く、熱処理温度が低く過ぎるため、初透磁率及び最大透磁率の向上がなく、また再結晶していないか又は未再結晶組織が多量に存在した。パーティクルの発生も多い。

比較例 2 - 3 及び 2 - 4 は最終熱処理温度が高すぎ、平均結晶粒径が粗大化し、ばらつきが大きくなり、ユニフォーミティが悪化した。

10 比較例 3 - 1 は熱処理温度が低く、初透磁率及び最大透磁率の向上がない。また未再結晶組織が多量に存在し、パーティクルの発生も多かった。

比較例 3 - 2 は最終熱処理温度が高すぎ、平均結晶粒径が粗大化し、ばらつきが大きくなり、ユニフォーミティが悪化した。

15 発明の効果

以上に示すように、ニッケルにタンタルを所定量含有するニッケル合金スパッタリングターゲットは、熱的に安定なシリサイド (NiSi) 膜の形成が可能であり、膜の凝集や過剰なシリサイド化が起り難く、またスパッタ膜の形成に際してパーティクルの発生が少なく、ユニフォーミティも良好であり、さらにターゲットへの塑性加工性に富む、特にゲート電極材料（薄膜）の製造に有用なニッケル合金スパッタリングターゲットを提供できるという著しい効果を有する。

請求の範囲

5 1. ニッケルにタンタルを0.5～10 a t %含有することを特徴とするニッケル合金スパッタリングターゲット。

2. ニッケルにタンタルを1～5 a t %含有することを特徴とするニッケル合金スパッタリングターゲット。

3. ガス成分を除く不可避不純物が100 w t p p m以下であることを特徴とする請求の範囲第1項～第2項に記載のニッケル合金スパッタリングターゲット。

10 4. ガス成分を除く不可避不純物が10 w t p p m以下であることを特徴とする請求の範囲第1項～第2項に記載のニッケル合金スパッタリングターゲット。

15 5. 酸素が50 w t p p m以下、窒素、水素及び炭素がそれぞれ10 w t p p m以下であることを特徴とする請求の範囲第1項～第4項のそれぞれに記載のニッケル合金スパッタリングターゲット。

6. 酸素が10 w t p p m以下であることを特徴とする請求の範囲第1項～第5項のそれぞれに記載のニッケル合金スパッタリングターゲット。

20 7. ターゲット面内方向の初透磁率が50以上であることを特徴とする請求の範囲第1項～第6項のそれぞれに記載のニッケル合金スパッタリングターゲット。

8. ターゲット面内方向の初磁化曲線上の最大透磁率が100以上であることを特徴とする請求の範囲第1項～第7項のそれぞれに記載のニッケル

25 合金スパッタリングターゲット。

9. ターゲットの平均結晶粒径が80 μm以下であることを特徴とする請求の範囲第1項～第8項に記載のニッケル合金スパッタリングターゲット。

10. 再結晶温度～950°Cで最終熱処理を行うことを特徴とする請求の範囲第1項～第9項のそれぞれに記載のニッケル合金スパッタリング
5 ターゲットの製造方法。

補正書の請求の範囲

[2004年3月4日 (04. 03. 04) 国際事務局受理：出願当初の請求の範囲
1-10は補正された；他の請求の範囲は変更なし。 (2頁)]

1. (補正後) タンタルを 0. 5 ~ 1 0 a t % 含有し、残部ニッケルであることを特徴とするゲート電極材用ニッケル－タンタル合金スパッタリングターゲット。
2. (補正後) タンタルを 1 ~ 5 a t % 含有し、残部ニッケルであることを特徴とするゲート電極材用ニッケル－タンタル合金スパッタリングターゲット。
3. (補正後) ガス成分を除く不可避不純物が 1 0 0 w t p p m 以下であることを特徴とする請求の範囲第 1 項～第 2 項に記載のニッケル－タンタル合金スパッタリングターゲット。
4. (補正後) ガス成分を除く不可避不純物が 1 0 w t p p m 以下であることを特徴とする請求の範囲第 1 項～第 2 項に記載のニッケル－タンタル合金スパッタリングターゲット。
5. (補正後) 酸素が 5 0 w t p p m 以下、窒素、水素及び炭素がそれぞれ 1 0 w t p p m 以下であることを特徴とする請求の範囲第 1 項～第 4 項のそれぞれに記載のニッケル－タンタル合金スパッタリングターゲット。
6. (補正後) 酸素が 1 0 w t p p m 以下であることを特徴とする請求の範囲第 1 項～第 5 項のそれぞれに記載のニッケル－タンタル合金スパッタリングターゲット。
7. (補正後) ターゲット面内方向の初透磁率が 5 0 以上であることを特徴とする請求の範囲第 1 項～第 6 項のそれぞれに記載のニッケル－タンタル合金スパッタリングターゲット。
8. (補正後) ターゲット面内方向の初磁化曲線上の最大透磁率が 1 0 0 以上であることを特徴とする請求の範囲第 1 項～第 7 項のそれぞれに記載のニッケル－タンタル合金スパッタリングターゲット。

9. (補正後) ターゲットの平均結晶粒径が $80 \mu\text{m}$ 以下であることを特徴とする請求の範囲第1項～第8項に記載のニッケル－タンタル合金スパッタリングターゲット。

10. (補正後) 再結晶温度～ 950°C で最終熱処理を行うことを特徴とする請求の範囲第1項～第9項のそれぞれに記載のニッケル－タンタル合金スパッタリングターゲットの製造方法。

条約第19条（1）に基づく説明書

本件発明は、ゲート電極材用ニッケル－タンタル合金（二元合金）ス
5 パッタリングターゲットであることを明瞭にした。

引用文献1（特開2001－262328）は、Ni－Nb系ターゲットでTaは付加的成分、文献2（特開平1－127638）は、Taを含有するがFeが必須成分であるニッケル磁性材、文献3（特開平3－80936）は、Ni－Taターゲットであるが遮光膜用、文献4（特開2010－279432）は酸素限定に共通点はあるが、成分系が全く異なる材料である。したがって、これらの引用文献は本質的に本件発明と異なるものである。

本発明のタンタルを所定量含有するゲート電極材料用ニッケル－タンタル合金（二元合金）スパッタリングターゲットは、熱的に安定なシリサイド（NiSi）膜の形成が可能であり、膜の凝集や過剰なシリサイド化が起り難く、またスパッタ膜の形成に際してパーティクルの発生が少なく、ユニフォーミティも良好であり、さらにターゲットへの塑性加工性に富むという著しい効果を有する。

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP03/12777

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER
Int.Cl⁷ C23C14/34, C22C19/03

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)
Int.Cl⁷ C23C14/00-14/58, C22C19/00, C22C19/03, H01L21/285

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched
 Jitsuyo Shinan Koho 1922-1996 Toroku Jitsuyo Shinan Koho 1994-2004
 Kokai Jitsuyo Shinan Koho 1971-2004 Jitsuyo Shinan Toroku Koho 1996-2004

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)
 JOIS [(TAGEUTTO+Target)* (Ni GOKIN+Nickel*alloy)] (in Japanese and English), WPI/L[C23C-014/34*C22C-019/03]

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

| Category* | Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages | Relevant to claim No. |
|-----------|--|-----------------------|
| X | JP 2001-262328 A (Hitachi Metals, Ltd.), 26 September, 2001 (26.09.01), Par. Nos. [0015], [0016], [0019], [0020], [0022] (Family: none) | 1-6, 9-10 |
| Y | JP 1-127638 A (Tohoku Steel Corp.), 19 May, 1989 (19.05.89), Claim 3; page 2, upper right column, line 12 to lower left column, line 2; page 3, upper right column, lines 13 to 17; Fig. 1 (Family: none) | 7, 8 |
| X | JP 11-80936 A (Hitachi Metals, Ltd.), 26 March, 1999 (26.03.99), Claim 3; Par. Nos. [0014], [0016] (Family: none) | 1-2 |
| Y | | 3-6 |

Further documents are listed in the continuation of Box C.

See patent family annex.

| | | |
|---|-----|--|
| * Special categories of cited documents: | | |
| "A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance | "T" | later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention |
| "E" earlier document but published on or after the international filing date | "X" | document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone |
| "L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified) | "Y" | document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art |
| "O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means | | document member of the same patent family |
| "P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed | | |

Date of the actual completion of the international search
06 January, 2004 (06.01.04)

Date of mailing of the international search report
20 January, 2004 (20.01.04)

Name and mailing address of the ISA/
Japanese Patent Office

Authorized officer

Facsimile No.

Telephone No.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP03/12777

C (Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

| Category* | Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages | Relevant to claim No. |
|-----------|--|-----------------------|
| Y | US 2002/0017458 A1 (MITSUIMINING & SMELTING CO., LTD.), 14 February, 2002 (14.02.02), Claims 1, 2 & JP 2001-279432 A Claims 1, 2 | 3-6 |
| A | EP 0666336 A1 (KABUSHIKI KAISHA TOSHIBA), 09 August, 1995 (09.08.95), Full descriptions & WO 95/04167 A1 Full descriptions | 1-10 |

A. 発明の属する分野の分類（国際特許分類（IPC））
 Int. C17 C23C14/34,
 C22C19/03

B. 調査を行った分野

調査を行った最小限資料（国際特許分類（IPC））
 Int. C17 C23C14/00-14/58,
 C22C19/00, C22C19/03, H01L21/285

最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの

日本国実用新案公報 1922-1996年
 日本国公開実用新案公報 1971-2004年
 日本国登録実用新案公報 1994-2004年
 日本国実用新案登録公報 1996-2004年

国際調査で使用した電子データベース（データベースの名称、調査に使用した用語）
 JOIS [(ターゲット+Target) * (Ni合金+Nickel*alloy)]
 WPI/L [C23C-014/34*C22C-019/03]

C. 関連すると認められる文献

| 引用文献の カテゴリー* | 引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示 | 関連する 請求の範囲の番号 |
|-----------------|--|-------------------|
| X | J P 2001-262328 A (日立金属株式会社) 2001. 09. 26, 段落番号15, 16, 19, 20, 22 (ファミリーなし) | 1-6, 9-10 7, 8 |
| Y | J P 1-127638 A (東北特殊鋼株式会社) 1989. 05. 19, 請求項3, 第2頁右上欄第12-左下欄第 2行, 第3頁右上欄第13-17行, 第1図 (ファミリーなし) | 7, 8 |
| X | J P 11-80936 A (日立金属株式会社) 1999. 03. 26, 請求項3, 段落番号14, 16 | 1-2 |

C欄の続きにも文献が列挙されている。

パテントファミリーに関する別紙を参照。

* 引用文献のカテゴリー

「A」特に関連のある文献ではなく、一般的技術水準を示すもの
 「E」国際出願日前の出願または特許であるが、国際出願日以後に公表されたもの
 「L」優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する文献（理由を付す）
 「O」口頭による開示、使用、展示等に言及する文献
 「P」国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願

の日の後に公表された文献

「T」国際出願日又は優先日後に公表された文献であって出願と矛盾するものではなく、発明の原理又は理論の理解のために引用するもの
 「X」特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明の新規性又は進歩性がないと考えられるもの
 「Y」特に関連のある文献であって、当該文献と他の1以上の文献との、当業者にとって自明である組合せによって進歩性がないと考えられるもの
 「&」同一パテントファミリー文献

国際調査を完了した日

06. 01. 04

国際調査報告の発送日

20. 1. 2004

国際調査機関の名称及びあて先

日本国特許庁 (ISA/JP)
 郵便番号100-8915

東京都千代田区霞が関三丁目4番3号

特許庁審査官（権限のある職員）

瀬良 聰機

4G 9046

電話番号 03-3581-1101 内線 3416

| C (続き) . 関連すると認められる文献 | | 関連する 請求の範囲の番号 |
|-----------------------|---|------------------|
| 引用文献の カテゴリー* | 引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示 | |
| Y | (ファミリーなし) | 3-6 |
| Y | U S 2 0 0 2 / 0 0 1 7 4 5 8 A 1 (MITSUIMINING & SMELTING CO., LTD.) 2 0 0 2 . 0 2 . 1 4 , 請求項 1, 2 & J P 2 0 0 1 - 2 7 9 4 3 2 A 請求項 1, 2 | 3-6 |
| A | E P 0 6 6 6 3 3 6 A 1 (KABUSHIKI KAISHA TOSHIBA) 1 9 9 5 . 0 8 . 0 9 明細書全文 & W O 9 5 / 0 4 1 6 7 A 1 明細書全文 | 1-10 |